

1/1 DWPX - (C) Thomson Derwent

AN - 1977-45390Y [26]

TI - Amino-propyl ether of polyhydric alcohol prodn. - by reaction with acrylonitrile and hydrogenation after treatment with ammonia

PA - (BADI) BASF AG

PN - DE2555735 A 19770623 DW1977-26 \*

- DE2555735 B 19771020 DW1977-43

PR - 1975DE-2555735 19751211

IC - C07C-093/04

AB - DE2555735 A

In the prodn. of aminopropyl ethers (I) of polyhydric alcohols (II) by addn. of excess  $\text{CH}_2\text{:CHCN}$  to (II) in the presence of alkaline catalysts (III) and hydrogenation of the cyanoethyl ether (IV) formed, after removing the excess  $\text{CH}_2\text{:CHCN}$ , the mixt. is treated with  $\text{NH}_3$  before hydrogenation.

- (I) are used in the prodn. of synthetic resins by reaction with epoxides or dicarboxylic acids. Under suitable conditions,  $\text{NH}_3$  reacts with  $\text{CH}_2\text{:CHCN}$  without causing aminolysis of (IV). On hydrogenation, the aminonitriles are converted mainly to  $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$ , which is a valuable by-prod.
- Better results are obtd. if a small amt. of an aprotic polar solvent is added before the  $\text{NH}_3$ . E.g.  $\text{HO}(\text{CH}_2)_4\text{OH}$  was reacted with  $\text{CH}_2\text{:CHCN}$  in the presence of  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{NMe}_3\text{OH}$ , treated with N-methylpyrrolidone and  $\text{NH}_3$  and hydrogenated. No loss of catalytic activity or increase in the yield of prods. with a higher b.pt. than  $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_3\text{O}(\text{CH}_2)_4\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$  occurred in 5 months prodn.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

51

Int. Cl. 2:

C 07 C 93/04

19 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

DT 25 55 735 A 1

11

# Offenlegungsschrift 25 55 735

21

Aktenzeichen: P 25 55 735.1-42

22

Anmeldetag: 11. 12. 75

43

Offenlegungstag: 23. 6. 77

30

Unionspriorität:

32 33 31

54

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von Aminopropyläthern mehrwertiger Alkohole

71

Anmelder: BASF AG, 6700 Ludwigshafen

72

Erfinder: Graefje, Heinz, Dipl.-Chem. Dr., 6700 Ludwigshafen;  
Voges, Dieter, Dipl.-Chem. Dr., 6800 Mannheim; Merkel, Karl, Dr.,  
6700 Ludwigshafen; Boettger, Guenter, Dipl.-Chem. Dr.,  
6702 Bad Duerkheim; Koernig, Wolfgang, Dipl.-Chem. Dr.,  
6901 Dossenheim; Hoffmann, Herwig, Dipl.-Chem. Dr., 6710 Frankenthal

Prüfungsantrag gem. § 28 b PatG ist gestellt

DT 25 55 735 A 1

DEUTSCHES PATENTAMT

6. 77 709 825/959

7/90

2555735

Patentanspruch

Verfahren zur Herstellung von Aminopropyläthern mehrwertiger Alkohole durch Anlagerung von überschüssigem Acrylnitril an mehrwertige Alkohole in Gegenwart alkalischer Katalysatoren und Hydrierung der erhaltenen Cyanäthyläther, wobei das noch überschüssige Acrylnitril vor der Hydrierung beseitigt wird, dadurch gekennzeichnet, daß man das zur Hydrierung bestimmte Reaktionsgemisch, das mehrwertige Cyanäthyläther neben untergeordneten Mengen an Acrylnitril und gegebenenfalls Cyanäthylätheralkoholen enthält, vor der Hydrierung mit Ammoniak umsetzt.

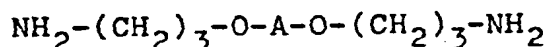
BASF Aktiengesellschaft 

709825/0959

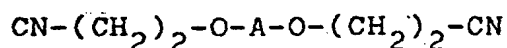
ORIGINAL INSPECTED

# Verfahren zur Herstellung von Aminopropyläthern mehrwertiger Alkohole

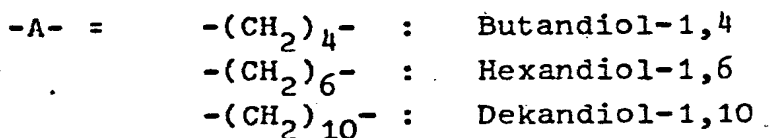
Es ist bekannt, daß man im technischen Maßstab Bis-(3-amino-propyl)äther der allgemeinen Formel



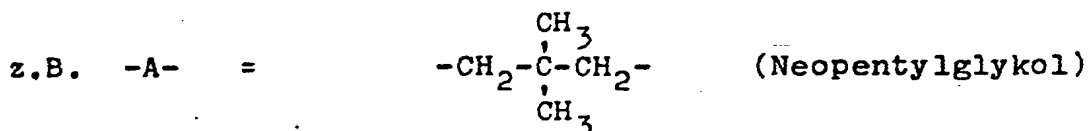
durch Umsetzung von zweiwertigen Alkoholen (Diolen) HO-A-OH mit Acrylnitril zu den entsprechenden Biscyanäthyläthern



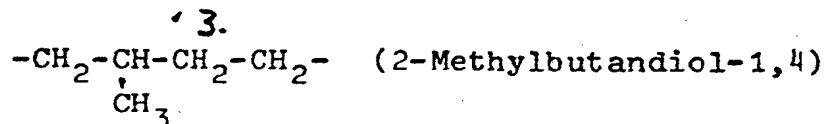
zu deren katalytische Hydrierung erhalten kann (Houben-Weyl, 4. Aufl., Bd. 11/1, Seite 562). Bevorzugt werden so die Bisaminopropyläther diprimärer Dirole hergestellt. Die beiden Hydroxylgruppen der Dirole bzw. in den Äthern die O-Atome sind in den technisch wichtigen Stoffen dieser Gruppe verbunden durch Alkylengruppen wie z.B.



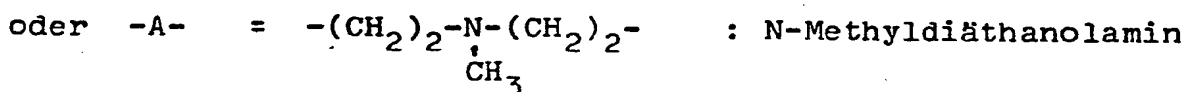
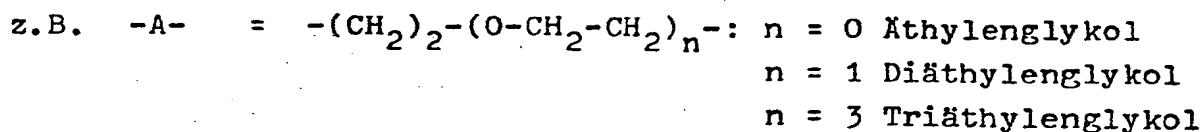
Diese Alkylengruppen können auch an den nicht direkt mit der Hydroxylgruppe der Dirole verbundenen C-Atomen Alkylgruppen tragen.



oder:



Weiter können diese Diole aus Äthylenoxid gewonnen worden sein durch Umsetzung mit Wasser oder Monoalkylaminen. Beispiele für solche Diole sind



Bei der Herstellung der Bisaminopropyläther aus den beschriebenen Diolen handelt es sich um einen speziellen Fall der Gewinnung von 3-Alkoxypropylaminen-1 aus Alkoholen und Acrylnitril mit anschließender Überführung der Nitril- in primäre Aminogruppen.

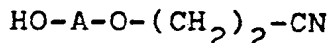
Der erste Reaktionsschritt, die Addition von Alkoholen an die Doppelbindung des Acrylnitrils wird allgemein durch Mischen der Komponenten bei erhöhter Temperatur und unter Katalyse durch alkalisch reagierende Stoffe wie Alkalihydroxyde oder quaternäre Ammoniumhydroxide vorgenommen. Meistens werden diese Umsetzungen absatzweise durchgeführt. Sie können jedoch auch kontinuierlich gestaltet werden.

Bei der zweiten Stufe, der Hydrierung der substituierten Propionitrile, wird vorzugsweise kontinuierlich gearbeitet. Dabei wird den zu hydrierenden Dinitrilen i.a. flüssiges Ammoniak zugesetzt, u.a. um möglichst nur primäre Amine aus den Nitrilgruppen zu erhalten. Gemeinsam mit Wasserstoff passieren diese Gemische Reaktoren mit fest angeordneten oder suspendierten Katalysatoren, an denen bei erhöhtem Druck und erhöhter Temperatur die Hydrierung erfolgt. Die Katalysatoren enthalten meistens Kobalt oder Nickel.

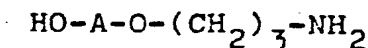
Es ist weiter bekannt, daß man im Falle der Umsetzung monofunktioneller Alkohole R-OH mit Acrylnitril einen leichten Überschuß an Alkohol wählt, um das Acrylnitril vollständig zu verbrauchen, z.B. weil es sich um eine sehr giftige Verbindung handelt. Der wesentliche Grund für diese Maßnahme ist jedoch ein anderer:

Es ist eine bekannte Erfahrung, daß "freies", d.h. nicht umgesetztes Acrylnitril die Hydrierung  $\beta$ -substituierter Propionitrile stark erschweren kann. Zwar wird ein Teil des Acrylnitrils erwartungsgemäß in n-Propylamin überführt. Sehr häufig aber polymerisiert ein mehr oder minder großer Anteil, bevor die Doppelbindung durch Wasserstoff angegriffen wird. Solche Polymerisate belegen die Katalysatoren, vermindern ihre Aktivität und fördern den mechanischen Zerfall von stückigen Katalysatoren. Das kann so weit gehen, daß ein Hydrierreaktor nach wenigen Tagen völlig verstopft ist und der Katalysator gewechselt werden muß.

Bei der Umsetzung von Diolen mit Acrylnitril ist es nicht möglich, die beschriebenen Auswirkungen eines Gehaltes an Acrylnitril in Cyanäthyläthern durch einen molaren Überschuß an OH-Äquivalenten über die Doppelbindungen des Acrylnitrils zu vermeiden. Es entstehen in diesem Fall erhebliche Mengen an Diol-mono-cyanäthyläthern



deren Hydrierung zu unerwünschten Hydroxyaminen führt.



Will man sehr gute Ausbeuten erzielen, so ist im Falle der Umsetzung von Diolen zu Diaminen ein leichter Überschuß an Acrylnitril nicht zu umgehen.

.5.  
Damit ergibt sich das Problem, wie man einen solchen Überschuß nach der Umsetzung der Dirole mit Acrylnitril entfernen oder unschädlich machen kann. Eine bekannte Möglichkeit ist, die alkalischen Katalysatoren, vor allem Alkalihydroxide, zu neutralisieren und so unwirksam zu machen.

Dann kann das nicht umgesetzte Acrylnitril durch Destillation entfernt werden, ohne daß die Biscyanäthyläther dabei Acrylnitril abspalten. Aber selbst wenn man die bei der Neutralisation gebildeten Salze durch Filtrieren entfernt, wird die anschließende Hydrierung durch diese gesamte Prozedur beeinträchtigt: Nicht nur Säuren, die chlor- oder schwefelhaltige Anionen besitzen, sondern auch z.B. Phosphorsäure kann eine schnelle Inaktivierung von Hydrierkatalysatoren bewirken.

Falls thermisch labile quaternäre Ammoniumhydroxyde als Katalysatoren für die Umsetzung von Diolen mit Acrylnitril geeignet haben, kann man diese durch Erhitzen unwirksam machen und dann Acrylnitril abdestillieren. Es besteht jedoch die Gefahr, daß sich dabei Cyanäthyläther zersetzen können, unter Umständen explosionsartig.

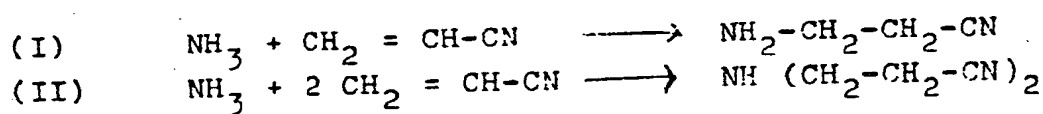
Alle bekannten Möglichkeiten sind also im technischen Maßstabe mit Nachteilen oder Gefahren verbunden.

Aufgabe der Erfindung ist die Schaffung von Maßnahmen, mit denen ohne andere Nachteile die Anwesenheit von Acrylnitril in Reaktionsgemischen, die Cyanäthyläther enthalten und zur Hydrierung bestimmt sind, verhindert werden kann.

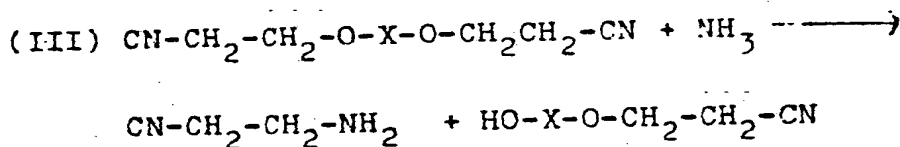
Es wurde nun gefunden, daß man Aminopropyläther mehrwertiger Alkohole durch Anlagerung von überschüssigem Acrylnitril an mehrwertige Alkohole in Gegenwart alkalischer Katalysatoren und Hydrierung der erhaltenen Cyanäthyläther, wobei das noch überschüssige Acrylnitril vor der Hydrierung beseitigt wird, mit besonderem Vorteil erhält, wenn man das zur Hydrierung bestimmte Reaktionsgemisch, das mehrwertige Cyanäthyläther neben untergeordneten Mengen an Acrylnitril und gegebenenfalls Cyanäthylätheralkoholen enthält, vor der Hydrierung mit Ammoniak umsetzt.



So ist es möglich, den negativen Einfluß des Acrylnitrils auf den Ablauf der Hydrierung weitgehend zu vermindern: Man führt den Zulauf, das aus Alkohol und Acrylnitril erhaltene Gemisch von vollständig umgesetzten Cyanäthyläthern mit untergeordneten Mengen an Cyanäthylätheralkoholen und Acrylnitril, nicht direkt in den Hydrierreaktor, sondern nach Zugabe von Ammoniak durch einen leeren oder mit irgendwelchen Füllkörpern gefüllten Reaktor, der dem Hydrierreaktor vorgeschaltet ist. Er wird im folgenden kurz Vorreaktor genannt. Das Acrylnitril im Zulauf geht wahrscheinlich in Aminonitrile über entsprechend den folgenden Gleichungen:



Überraschend ist dabei, daß nach der weitgehenden Umsetzung des Acrylnitrils keine weitere Reaktion des Ammoniaks mit den Cyanäthyläthern erfolgte (entsprechend III)



wenn geeignete Bedingungen eingehalten werden. Die weitgehende Umsetzung des Acrylnitrils ohne Aminolyse von Biscyanäthyläthern gelingt dann, wenn z.B. im Vorreaktor eine Temperatur von etwa 0 bis 35°C und eine Verweilzeit von etwa 100 bis 10 Minuten eingehalten wird. Auch geringfügig höhere Temperatur verbunden mit kürzerer Verweilzeit ist vielfach möglich.

Die Wirkung dieser Maßnahmen auf die Hydrierung ist sehr günstig: Während die Standzeit eines Festbettkatalysators ohne die Überführung von Acrylnitril in Aminonitrile oft nur einige Wochen beträgt, kann ein solcher Reaktor, dem kein Acrylnitril im Zulauf zugeführt wird, mehrere Monate betrieben werden. Ein Zerfall von Katalysatoren unter Verstopfung des Hydrierreaktors wird nicht mehr beobachtet. Die Aminonitrile werden bei der Hydrierung in die entsprechenden Di-

35  
bzw. Triamine überführt. Es bildet sich überwiegend 1,3-Diaminopropan, das abgetrennt und als Wertprodukt verwendet werden kann.

Es wurde weiter gefunden, daß die vorerwähnte Lösung noch verbessert werden kann, wenn man den Cyanäthyläther enthaltenden Reaktionsgemischen vor der Zugabe von Ammoniak relativ kleine Mengen bestimmter Lösungsmittel hinzusetzt. Es handelt sich um aprotische, polare Lösungsmittel. Sie sind mit Wasser mischbar, lösen aber auch organische Stoffe sehr gut. Beispiele sind etwa N-Methylpyrrolidon, Dimethylacetamid, Tetrahydrofuran, Dioxan und Glykoldimethyläther. Es kann angenommen werden, daß es sich stets um Stoffe handelt, die als gute Lösungsmittel für Polyacrylnitril bekannt sind.

Die hier beschriebene Erfindung besteht also

- a) in der Überführung des Acrylnitrils im Zulauf der Hydrierung in Aminonitrile
- b) sowie gegebenenfalls Zusatz eines aprotischen Lösungsmittels für Polyacrylanitril.

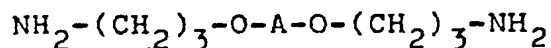
Zur praktischen Benutzung der Erfindung ist noch im einzelnen zu sagen:

Die Ammoniakmenge richtet sich zweckmäßig nach der auch für die Hydrierung günstigen Ammoniakmenge; <sup>sie</sup> dient bekanntlich zur Vermeidung von Kondensationsreaktionen und fördert den glatten Ablauf der Hydrierung. Die 5- bis 20-fache Menge an Ammoniak, bezogen auf den Cyanäthyläther, ist üblich.

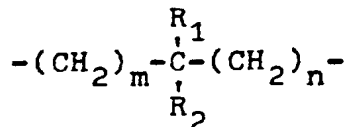
Die Menge des Lösungsmittels ist i.a. gering und beträgt z.B. 50 % des Reaktionsgemisches, dem sie zugesetzt wird.

Dabei überwiegt der Effekt der ersten Maßnahme bei weitem. Übrigens verbessern Lösungsmittel wie Alkohole die Hydrierung nicht.

Die Erfindung ist besonders wichtig bei der Herstellung von mehrwertigen, insbesondere zweiwertigen Bis-Aminopropyläthern



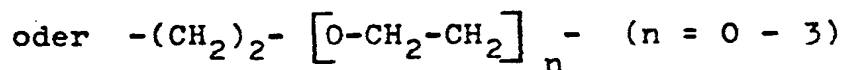
wobei A steht für eine die beiden Äthersauerstoffatome verbindende, gegebenenfalls substituierte Kette von Atomen und z. B. sein kann



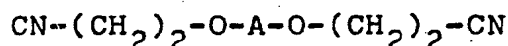
$$m = 0 - 5; n = 0 - 4; m + n \geq 1$$

$$\text{R}_1 = \text{H oder Alkyl (Methyl, Äthyl)}$$

$$\text{R}_2 = \text{H oder Alkyl (Methyl, Äthyl)}$$



mittels kontinuierlicher Hydrierung von durch Umsetzung von zwei- oder mehrwertigen Alkoholen mit Acrylnitril erhaltenen Cyanäthyläthern



Die Herstellung der Cyanäthyläther geschieht bei erhöhter Temperatur und ist für die Wirkung der Erfindung ohne Belang. Die der Hydrierung erfindungsgemäß vorgeschaltete Reaktion geschieht zweckmäßig so, daß man zu 1 Teil Biscyanäthyläther 0,2 bis 3,0 Teile eines mit Wasser vollständig mischbaren N-Dialkylcarbonsäureamides, eines N-Alkylactams oder eines Äthers und anschließend bei erhöhtem Druck 1 - 10 Teile Ammoniak gibt und diese Mischung bei Drucken zwischen 5 und 300 bar einen den eigentlichen Hydrierreaktor vorgeschalteten Reaktor passieren läßt, bevor sie nach Zugabe von Wasserstoff und eventuell weiterem Ammoniak im nachgeschalteten Hy-

drierreaktor bei Drucken zwischen 20 und 300 bar und Temperaturen zwischen 50 und 120°C der katalytischen Hydrierung unterworfen wird.

Aus den erfindungsgemäß besonders häufig hergestellten Diaminen mit zwei Äthergruppen werden vor allem Kunstharze gewonnen, indem man sie mit Epoxiden oder mit Dicarbonsäuren umsetzt.

Die einzelnen, nachfolgenden Beispiele enthaltenen Mengenangaben in Teilen beziehen sich auf das Gewicht. Sie verhalten sich zu Volumenteilen wie Kilogramm zu Litern.

#### Beispiel 1

In einem Rührkessel mit Heiz- und Kühlmöglichkeit wurden 4 300 kg Butandiol-1,4 vorgelegt und auf 40°C erwärmt. Nach Zugabe von 6 kg Trimethylbenzylammoniumhydroxid werden 5 565 kg Acrylnitril unter Kühlung so zugegeben, daß sich die Temperatur im Rührkessel auf 40 - 50°C hält. Nach Beendigung der Zugabe des Acrylnitrils wurde der Inhalt des Rührkessels 4 Stunden auf 50°C gehalten.

Er hatte folgende Zusammensetzung:

- ca. 90 % Butandiolbiscyanäthyläther
- ca. 5 % Butandiolmonocyanäthyläther
- ca. 4 % Acrylnitril
- 1 % undestillierbare Stoffe

Dieses Gemisch wird in 6 000 kg N-Methylpyrrolidon-2 gelöst. Von dieser Lösung wurden 300 kg pro Stunde bei 200 bar mit 1 500 kg flüssigem Ammoniak gemischt. Diese Mischung wurde durch einen mit Füllkörpern gefüllten Vorreaktor von 2 m<sup>3</sup> freiem Volumen bei 200 bar und 25°C geführt. Nach dem Passieren dieses Vorreaktors, Zufuhr von 80 kg Wasserstoff je Stunde entsprechend 890 Ncbm und Erwärmen des Gas-Flüssigkeitsgemisches auf ca. 60°C wurde es durch einen mit 3000 kg fest angeordnetem Hydrierkatalysator gefüllten Hydrierreaktor geschickt.

255735

- 10 -

Die Temperatur am Ausgang dieses Hydrierreaktors lag zwischen 80 und 95°C, der Druck bei ca. 200 bar.

Nach Abtrennung von nicht umgesetztem Wasserstoff und vom Ammoniak erhielt man ein Produkt der nachstehenden Zusammensetzung:

- ca. 55 % Butandiol-di-aminopropyläther
- ca. 3 % Butandiol-mono-aminopropyläther
- ca. 2,5 % 1,3-Diaminopropan
- ca. 0,5 % Dipropylentriamin
- 2 % Hochsieder bzw. undestillierbare Stoffe
- ca. 37 % N-Methylpyrrolidon

Das Reaktionsgemisch wurde durch fraktionierte Destillation in seinen Komponenten aufgetrennt. Das abgetrennte N-Methylpyrrolidon wurde wiederverwendet.

In der beschriebenen Weise konnte die Produktion über fünf Monate fortgeführt werden. Ein merklicher Abfall der Aktivität des Katalysators trat nicht ein, ebenso keine Vermehrung des Anfalls an Stoffen, die höhersieden als Butandiol-di-aminopropyläther. Beim Ausbau des Katalysators wegen Produktwechsel erwies sich der Katalysator als kaum zerfallen. Es hatten sich auch keine Konglomerate aus Kontaktsträngen durch Verbacken gebildet.

#### Vergleichsversuch a)

Es wurde so vorgegangen wie im Beispiel 1, es wurde jedoch dem rohen Butandiolbiscyanäthyläther kein Lösungsmittel zugesetzt. Nach Zugabe von Ammoniak wurde die erhaltene Mischung nicht durch einen Vorreaktor geführt, sondern mit dem Wasserstoff gemeinsam direkt in den Hydrierreaktor gegeben. Trotz gleichen Temperaturprofils im Hydrierreaktor wie im Beispiel 1 konnte die Produktion nur vier Wochen betrieben werden, die Aktivität des Katalysators ließ dann stark nach. Der Hydrierreaktor wurde unpassierbar durch Verstopfung infolge Zerfalls und Verbackens des Katalysators.

- 10 -

709825/0959

ORIGINAL INSPECTED

-11.  
Von Anfang an hatte der ammoniak- und wasserstofffreie Hydrier-  
austrag relativ viel (4 - 5 %) Hochsieder enthalten. Dieser  
Anteil stieg laufend an bis auf ca. 10 %.

#### Vergleichsversuch b)

Es wurde so vorgegangen wie im Beispiel 1, nur wurde das  
N-Methylpyrrolidon durch die gleiche Menge Methanol ersetzt.  
Vorreaktor und Hydrierreaktor wurde betrieben, wie im Bei-  
spiel 1 angegeben. Nach 3 Monaten fiel die Aktivität des Kata-  
lysators ab. Er erwies sich beim Ausbau als stellenweise  
zerfallen und verbacken.

#### Beispiel 2

1 Volumenteil flüssiger roher Decandiol-biscyanäthyläther,  
der 10 % Decandiolmonocyanäthyläther und 6 % Acrylnitril  
enthält, wird mit 1 Volumenteil Tetrahydrofuran verdünnt.

Gemeinsam mit 0,1 Teilen Ammoniak werden 0,06 Teile dieser  
Lösung durch ein auf 30°C gehaltenes Rohr geleitet. Die  
Verweilzeit in diesem Rohr beträgt 60 Minuten. Nach Zugabe  
von 4 Teilen Wasserstoff/Stunde entsprechend 4,45 Nm<sup>3</sup>/h  
und Erwärmen des resultierenden Gas-Flüssigkeitsgemisches  
auf 60°C wird dieses über einen mit durch Reduktion von aus  
Kobaltoxid geformten Strängen (Durchmesser = 2 mm; Länge  
= 4 mm; 0,5 Volumenteile) erhaltenem Katalysator gefüllten  
Reaktor bei 200 bar und ca. 80°C am Reaktorausgang geführt.

Durch destillative Auftrennung des Reaktionsgemisches erhält  
man pro Stunde 0,025 Teile Decandiol-di-aminopropyläther  
mit einem Reingehalt von 95 %.

#### Beispiel 3

Je 1 Mol Neopentylglykol wird mit 2,15 Mol Acrylnitril bei  
50°C und unter Katalyse durch Triäthyl-hydroxyäthylammonium-  
hydroxid umgesetzt. Das Reaktionsgemisch aus 89 % Neopentyl-

glykolbiscyanäthyläther, 6 % Neopentylglykolmonocyanäthyläther und 5 % Acrylnitril wird mit der gleichen Menge N-Dimethylacetamid verdünnt.

Von dieser Lösung werden mit einer Verweilzeit von 40 Minuten 0,06 Teile pro Stunde nach Zumischung von 0,2 Teilen Ammoniak pro Stunde durch ein auf 20°C gehaltenes Rohr geführt. Nach Zudosierung von Wasserstoff wird kontinuierlich bei 120 bar und 60 - 90°C an 0,6 Teilen Festbettkatalysator hydriert. Durch Auftrennung des Reaktionsgemisches werden pro Stunde 0,026 Teile Neopentylglykol-bis-aminopropyläther mit einer Reinheit von 98 % erhalten.

#### Beispiel 4

Ein Teil eines aus Diäthylenglykol und Acrylnitril erhaltenes Gemisch mit 91 % Diglykolbiscyanäthyläther, 5 % Diglykolmonocyanäthyläther und 4 % Acrylnitril wird mit 0,6 Teilen Dioxan verdünnt. Die erhaltene Lösung wird bei erhöhtem Druck mit 5 Teilen flüssigem Ammoniak gemischt.

Von dieser Mischung werden pro Stunde 0,33 Teile mit einer Verweilzeit von 30 Minuten durch ein auf 20°C gehaltenes Rohr und anschließend gemeinsam mit Wasserstoff durch einen mit 0,5 Volumenteilen Hydrierkatalysator gefüllten Reaktor geführt. Nach Hydrierung bei 80 bar und einer mittleren Temperatur von 75°C im Hydrierreaktor wird ein Reaktionsgemisch erhalten, aus dem durch Destillation mit einer Ausbeute von 90 % der Theorie, bezogen auf eingesetzten Diglykolbiscyanäthyläther, ein sehr reiner Diglykol-di-aminopropyläther erhalten wird.

#### Beispiel 5

N-Methyldiäthanolaminbiscyanäthyläther mit einem Gehalt an 8 % Monocyanäthyläther und 3 % Acrylnitril wird mit dem gleichen Volumen N-Methylpyrrolidon verdünnt.

Gemeinsam mit je 0,2 kg Ammoniak werden stündlich 0,06 kg des beschriebenen Gemisches durch ein auf 10°C gehaltenes Rohr mit einem Innendurchmesser von 12 mm und einer Länge von 4 000 mm und anschließend (nach Aufheizen auf 60°C und Zugabe von Wasserstoff bei 200 bar) durch einen 0,5 Liter fassenden, mit kobalthaltigem Hydrierkatalysator gefülltem Reaktor geführt. Durch Destillation des Austrages des Hydrierreaktors erhält man N-Methyldiäthanolamin-di-aminopropyläther mit einer Ausbeute von 95 % der Theorie, bezogen auf eingesetzten Biscyanäthyläther.